

EXTENDER AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME

Patent number: JP2003261796
Publication date: 2003-09-19
Inventor: NOGUCHI TAMIO
Applicant: MERCK LTD
Classification:
- **international:** A61K8/19; A61Q1/02; A61Q1/12; C01F5/08; C01F5/22; C01F5/24; C09C1/02; C09K21/02; A61K8/19; A61Q1/02; A61Q1/12; C01F5/00; C09C1/02; C09K21/00; (IPC1-7): C09C3/06; A61K7/00; A61K7/02; A61K7/021; C01F5/22; C01F5/24; C08K3/00; C08L101/00; C09C1/02; C09D7/12; C09D11/02; C09D11/16; C09D201/00; C09K21/02
- **european:** A61K8/19; A61Q1/02; A61Q1/12; C01F5/08; C01F5/22; C01F5/24; C09C1/02H; C09K21/02
Application number: JP20020065335 20020311
Priority number(s): JP20020065335 20020311

Also published as: EP1344800 (A1)
 US2004011253 (A1)**Report a data error here****Abstract of JP2003261796**

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an extender which has a proper collapsing property, has both a slipping property and an adhering property, does not deteriorate oil absorption, and is useful for cosmetics having good skin touch.

SOLUTION: The extender comprises a metal compound, wherein the extender has a structure that leaflet pieces directed in two or more different directions are bound and/or crossed each other.

COPYRIGHT: (C)2003,JPO

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2003-261796

(P2003-261796A)

(43)公開日 平成15年9月19日 (2003.9.19)

(51)Int.Cl.⁷

識別記号

F I

テマコード(参考)

C 0 9 C 3/06

C 0 9 C 3/06

4 C 0 8 3

A 6 1 K 7/00

A 6 1 K 7/00

B 4 G 0 7 6

7/02

7/02

N 4 H 0 2 8

7/021

7/021

4 J 0 0 2

C 0 1 F 5/22

C 0 1 F 5/22

4 J 0 3 7

審査請求 未請求 請求項の数17 O L (全 10 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号

特願2002-65335(P2002-65335)

(71)出願人 000114536

メルク株式会社

東京都目黒区下目黒1丁目8番1号 アルコタワー

(72)発明者 野口 民生

福島県いわき市泉町黒須野字江越51-15
メルク・ジャパン株式会社小名浜工場内

(74)代理人 100102842

弁理士 葛和 清司

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 体質顔料およびその製造方法

(57)【要約】

【解決すべき課題】 適度な崩壊性を有し、滑り性と付着性を兼ね備え、かつ吸油量も損なわない、皮膚感触の良好な化粧用の体質顔料を提供する。

【解決手段】 金属化合物からなる体質顔料であって、2以上の異方向のリーフレット状片が結合および/または交叉した構造を有する、前記体質顔料。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 金属化合物からなる体質顔料であって、2以上の異方向のリーフレット状片が結合および／または交叉した構造を有する、前記体質顔料。

【請求項2】 略球状である、請求項1に記載の体質顔料。

【請求項3】 金属化合物がマグネシウム化合物であることを特徴とする、請求項1または2に記載の体質顔料。

【請求項4】 マグネシウム化合物が、水酸化マグネシウム、塩基性炭酸マグネシウム、または酸化マグネシウムからなる群から選択される1種または2種以上を含むことを特徴とする、請求項3に記載の体質顔料。

【請求項5】 平均粒子径が3～80μmであること特徴とする、請求項1～4のいずれかに記載の体質顔料。

【請求項6】 金属化合物が、吸油量が150(mL/100g)以下である水酸化マグネシウムを主成分とする金属化合物、または吸油量が150～400(mL/100g)である塩基性炭酸マグネシウムを主成分とする金属化合物であることを特徴とする、請求項1～5のいずれかに記載の体質顔料。

【請求項7】 KES摩擦試験機による摩擦係数(MIU値)が0.6以下であることを特徴とする、請求項1～6のいずれかに記載の体質顔料。

【請求項8】 KES圧縮試験機による圧縮エネルギーが0.1～0.7(qf·cm/cm²)であることを特徴とする、請求項1～7のいずれかに記載の体質顔料。

【請求項9】 KES圧縮試験機による圧縮回復性が15～50%であることを特徴とする、請求項1～8のいずれかに記載の体質顔料。

【請求項10】 水中に攪拌しながら金属塩水溶液とアルカリ性水溶液又は炭酸塩水溶液とを同時に滴下した後、得られた析出物を分離・洗浄、乾燥する工程を含む、体質顔料の製造方法。

【請求項11】 さらに焼成する工程を含む、請求項10に記載の体質顔料の製造方法。

【請求項12】 金属塩水溶液が硫酸イオンを含むものであって、硫酸イオン／金属イオンのイオン濃度比が0.3～2.0であることを特徴とする、請求項10又は11に記載の体質顔料の製造方法。

【請求項13】 請求項1～9のいずれかに記載の体質顔料を含み、さらに、皮膚保護剤、着色剤、他の体質顔料、日焼け止め剤、制汗剤、保湿剤、抗菌剤・殺菌剤、感触向上剤、及び油剤からなる群から選択される1種または2種以上を含む化粧料。

【請求項14】 請求項1～9のいずれかに記載の体質顔料を少なくとも5重量%含む、メーキャップ化粧料。

【請求項15】 請求項1～9のいずれかに記載の体質顔料の難燃剤としての使用。

【請求項16】 樹脂または紙と請求項1～9のいずれ

かに記載の体質顔料を含む難燃性成形品。

【請求項17】 請求項1～9のいずれかに記載の体質顔料の、プラスチック、ベンキ、塗料、粉体塗料、農業ホイル、レーザーマーキング、印刷またはインキへの使用。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、体質顔料およびその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】体質顔料としては、化粧用において球状シリカ、ナイロンやポリエチレンやポリメタクリレートからなる球状ポリマー等が知られ、用いられている。しかし、依然として、皮膚に対する滑り性（伸展性）、及び付着性の良好な粉体が要求される。更に体質顔料に求める機能として、ある程度の滑り性を発揮した後に、反対に滑り止め性を要求するケースが有る。そして、当然に、基本的な前提条件として皮脂成分を適度に吸収する能力（吸油力）は有していなければならない。近年、特に伸展性の改良を狙ったものとして、例えば、粒子を保湿剤や各種有機物で結合せしめた崩壊性を有する凝集顔料粒子（特開2001-220318、特開2001-247790等）が開示されている。

【0003】しかし、これらは皮膚に対する滑り性がある、付着性が充分なものとはいえず、またこれらは前もって粒子を保湿剤による結合作用によって結合させたランダム凝集集合体であるため、あらゆる化粧料へ使用する場合には、この結合剤の種類によって使用適用範囲が制限されてしまうことがある。従って、滑り性、付着性が良好で、結合剤によって制限のされない汎用性の高い体質顔料が望まれている。

【0004】また、水酸化マグネシウム、塩基性炭酸マグネシウムは、樹脂成分や紙に組み込んで使用する難燃用添加剤（本書面で「難燃剤」と言う。）として知られている（例えば、特開平3-197316、特開平3-197314）。主にこれらの化合物が酸化物へ変化する時の吸熱反応を利用するものである。ここで、この変化の過程における難燃作用をより効果的に発揮するには形状的因子が左右し、いわゆる単位表面積の高いものが望まれる。

【0005】また、水酸化マグネシウムの製法において、水酸化マグネシウムスラリーに酸化マグネシウムを添加しその水和により生成した球形状もしくは鱗片状微粒子を水酸化マグネシウム二次粒子表面に付着させた方法が開示されている（特開2001-158617）。これは水酸化マグネシウム二次粒子を生成した後にその表面に新たに酸化マグネシウム粒子を加えて水和反応処理を施すものである。即ち、これは輸送効率を上げるための、水スラリー高濃度化表面処理に関するものである。言い換えると、中心となる二次粒子とその表面に別

な粒子という二段階処理による二重構造を成すものであり、これを化粧用の体質顔料として使用する場合、段差構造であるため、均一なものではなく、スムースな滑り性が得られず望ましくない。

【0006】更に、易崩壊性軟凝聚粉体について、一次粒子に固体有機物と液体油剤を被覆した凝聚粉体が、滑り性があり、かつ滑り止め性の有するものとして開示されている（特開平9-31158）。これは表面に被覆する物質が有機物に限られ、かつ液体油剤を用いたもので、その液体油剤種によっては、配合する化粧品への使用が制限され、また凝聚粒子であるために粒子同士の付着性が弱く、実際の化粧品へ配合する場合において剥離し易いため好ましくない。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】従って、本発明の課題は、適度な崩壊性を有し、滑り性と付着性を兼ね備え、かつ吸油量も損なわない、皮膚感触の良好な化粧用の体質顔料を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、鋭意研究を重ねる中で、水中に金属塩水溶液とアルカリ性水溶液又は炭酸塩水溶液とを同時添加することで金属化合物を製造することによって、2以上のリーフレット状片が結合または交叉した極めて特異な構造を有する体質顔料を得ることに成功し、これを体質顔料として用いることによって、上記課題を解決できることを見出し、さらに研究を進めた結果、本発明を完成するに至った。

【0009】即ち、本発明は、金属化合物からなる体質顔料であって、2以上の異方向のリーフレット状片が結合および/または交叉した構造を有する、前記体質顔料に関する。さらに、本発明は、略球状である、前記体質顔料に関する。また、本発明は、金属化合物がマグネシウム化合物であることを特徴とする、前記体質顔料に関する。さらに、本発明は、マグネシウム化合物が、水酸化マグネシウム、塩基性炭酸マグネシウム、または酸化マグネシウムからなる群から選択される1種または2種以上を含むことを特徴とする、前記体質顔料に関する。

【0010】また、本発明は、平均粒子径が3~80μmであること特徴とする、前記体質顔料に関する。さらに、本発明は、金属化合物が、吸油量が150(ml/100g)以下である水酸化マグネシウムを主成分とする金属化合物、または吸油量が150~400(ml/100g)である塩基性炭酸マグネシウムを主成分とする金属化合物であることを特徴とする、前記体質顔料に関する。

【0011】また、本発明は、KES摩擦試験機による摩擦係数(MIU値)が0.6以下であることを特徴とする、前記体質顔料に関する。さらに、本発明は、KES圧縮試験機による圧縮エネルギーが0.1~0.7(qf·cm/cm²)であることを特徴とする、前記体質顔料に関する。また、本発明は、KES圧縮試験機による圧

縮回復性が15~50%であることを特徴とする、前記体質顔料に関する。

【0012】さらに、本発明は、水中に搅拌しながら金属塩水溶液とアルカリ性水溶液又は炭酸塩水溶液とを同時に滴下した後、得られた析出物を分離・洗浄、乾燥する工程を含む、体質顔料の製造方法に関する。また、本発明は、さらに焼成する工程を含む、前記体質顔料の製造方法に関する。さらに、本発明は、金属塩水溶液が硫酸イオンを含むものであって、硫酸イオン/金属イオンのイオン濃度比が0.3~2.0であることを特徴とする、前記体質顔料の製造方法に関する。

【0013】また、本発明は、前記体質顔料を含み、さらに、皮膚保護剤、着色剤、他の体質顔料、日焼け止め剤、制汗剤、保湿剤、抗菌剤・殺菌剤、感触向上剤、及び油剤からなる群から選択される1種または2種以上を含む化粧料に関する。さらに、本発明は、前記体質顔料を少なくとも5重量%含む、メーキャップ化粧料に関する。また、本発明は、前記体質顔料の難燃剤としての使用に関する。さらに、本発明は、樹脂または紙と前記体質顔料を含む難燃性成形品に関する。また、本発明は、前記体質顔料の、プラスチック、ベンキ、塗料、粉体塗料、農業ホイル、レーザーマーリング、印刷またはインキへの使用に関する。

【0014】本発明の体質顔料は、金属化合物が一体として構成されたものであり、リーフレット状片が結合または交叉した構造を有するものである。本発明の顔料は、略球状の形状をとることができるために良好な滑り性を有し、かつ易崩壊性を有する。従って、例えば、化粧料に用いた場合、破壊されたリーフレット状片が容易に皮膚に付着するため、極めて付着性の良い化粧料が得られる。また、リーフレット状片が結合または交叉した構造であるため孔隙性を有し、それにより良好な吸油性が確保される。しかも本発明の体質顔料は、金属化合物が一体として構成されたものであって、結合剤を含まないため、化粧料等へ添加する際に他の成分からの影響を考慮することなく、従って制限なく使用することができる。さらに、本発明の製造方法によれば、前記のとおり、製造過程において他の結合剤を用いることなく、簡便かつ確実に上記体質顔料を製造することができる。また、本発明の体質顔料は、例えば、水酸化マグネシウム等のマグネシウム化合物の場合には、難燃剤として用いることができるが、リーフレット状の高い表面積を有しながらも略球状であるがゆえに、良好な分散性を有するため、難燃性樹脂等の成形品の製造に好適である。

【0015】

【発明の実施の形態】以下に本発明を、さらに詳細に説明する。本発明に関する体質顔料は、金属化合物が一体として構成されるもので、リーフレット状片が異方向へ成長した構造を有するものである。

【0016】本発明における金属化合物としては、鉄、

マグネシウム、アルミニウム等からなる金属化合物が挙げられ、金属化合物としては、金属水酸化物、塩基性金属炭酸塩、金属酸化物等が挙げられる。なかでもマグネシウムからなる金属化合物が好ましい。マグネシウム化合物としては、水酸化マグネシウム、塩基性炭酸マグネシウム、または酸化マグネシウムが含まれる。これらの生成の詳細は後に述べるが、例えば、マグネシウム塩水溶液とアルカリ性水溶液とを使用した場合には水酸化マグネシウムが得られ、アルカリ性水溶液の代わりに炭酸塩水溶液を用いた場合は塩基性炭酸マグネシウムが得られる。また、乾燥・焼成工程の条件によって、即ち温度が高く・時間が長いほど次第に酸化マグネシウムの含有量が多くなるが、本明細書の記載において「水酸化マグネシウム、塩基性炭酸マグネシウム、または酸化マグネシウム」なる表現はそれらが、その変化の過程の中での中間体状態（即ち、水酸化物と酸化物の混在状態、塩基性炭酸塩と炭酸塩と酸化物の混在状態）のすべてを含む意である。

【0017】本発明における体質顔料の粒子の大きさは、滑り性および使用上の違和感等の皮膚感触性を考慮すると、3～80 μm の範囲のものが好ましい。本発明において、水酸化マグネシウムの場合は3～40 μm の粒子のものが好適に得られ、また塩基性炭酸マグネシウムの場合は20～80 μm の粒子のものが好適に得られる。この粒径の範囲内で、本発明における体質顔料の粒子の大きさは、それぞれの使用態様、応用分野により適宜選択して用いる。

【0018】本発明で用いられる化粧用体質顔料は、滑り性を考慮するとKES-S-E摩擦試験機による摩擦係数(MIU)が0.6以下のものが好ましい。これは、滑り性を示す指標であり、この数値は小さい方が滑り性が良好なことを示す。本発明で得られる体質顔料は、KES-G5圧縮試験機による圧縮エネルギーが0.1～0.7 (gf·cm/cm²) の範囲内が好ましい。数値が大きいほど圧縮され易いことを示す指標であるが、この範囲での皮膚感触が良好であった。本発明で得られる体質顔料は、KES-G5圧縮試験機による圧縮回復性は15～50%の範囲のものである。圧縮回復性(復元性)は高い方が回復性のあることを示す。従って、小さい値の方が塑性的物性を示し、この数値が大きい程、弹性的物性(回復性)を示す。従って、上記範囲内の圧縮エネルギーおよび圧縮回復性を有するものは、適度な弾性を有するため、化粧料として用いた場合にやわらかさを有しつつかつ適度な崩壊性を有することから好ましい。

【0019】金属化合物としては、吸油量が150 (ml/100g) 以下である水酸化マグネシウムを主成分とする金属化合物、または吸油量が150～400 (ml/100g) である塩基性炭酸マグネシウムを主成分とする金属化合物等が挙げられる。例えば、塩基性炭酸マグネシウムを主成分とする金属化合物は、吸油量が大きいため、

制汗剤等に用いるのに適している。

【0020】以下に、本発明の体質顔料の製造方法を、より詳細に説明する。本発明で採用される製造方法は、予め金属塩水溶液と、アルカリ性水溶液または炭酸塩水溶液を別々に調製しておき、それらの水溶液を予め別に加熱しておいた温水中に、攪拌下、pHを7.5～11の範囲で一定に保ちながら、同時に滴下し、得られた析出物を濾別・回収し、洗净し、乾燥し、場合により焼成する方法が採用される。この滴下の段階において、金属

10 塩水溶液と、アルカリ性水溶液または炭酸塩水溶液とを同時に添加せず、当然にpHを制御せずに添加した場合には、粒子の形状が球状からずれて、またその大きさが不揃いのものが得られ好ましくない。

【0021】例えば、マグネシウム化合物からなる本発明の顔料を製造する場合においては、マグネシウム塩水溶液の調製の為に使用されるマグネシウム塩化合物としては、硫酸マグネシウム、硝酸マグネシウム、塩化マグネシウム、酢酸マグネシウム、亜酸マグネシウムなどが挙げられる。何れも水溶液として使用される。水への溶

20 解性の低いマグネシウム塩を用いた場合であっても、後で述べる硫酸イオン源とを兼ね備える硫酸を用いて水溶性にして使用することが出来る。

【0022】本発明における、異方向へ成長したリーフレット状片が結合または交叉する構造を有する粒子を製造する為には、製造工程において、硫酸イオンの濃度が重要な因子の一つであり、硫酸イオン/金属イオン(例えば、マグネシウムの場合には、イオン硫酸イオン $[(\text{SO}_4)^{2-}]$ /マグネシウムイオン $[(\text{Mg})^{2+}]$)のイオン濃度比が0.3～2.0の範囲である

30 30 のが好ましい。このイオン濃度比が0.3未満であると特に水酸化マグネシウムの場合球状化しない。また反対に2.0を超えると、単に硫酸イオン源物質の使用量の増大と、それに要するアルカリ成分量または炭酸塩量を増大するだけで、際立った変化は見られない。

【0023】この際、初めから硫酸マグネシウムを使用する場合は、そのまま他の硫酸イオン源を必要とせずに製造出来る点で好ましい。また、マグネシウム塩水溶液として硫酸マグネシウムを用いない場合は、硫酸イオン源を捕う為に、各種硫酸塩化合物(以下「追加の硫酸塩化合物」という。)をマグネシウム塩水溶液に予め混合溶解させる方法を採用することが出来る。また、硫酸マグネシウムを用いる場合でも硫酸イオンを当量以上にするとき(硫酸イオン $[(\text{SO}_4)^{2-}]$ /マグネシウムイオン $[(\text{Mg})^{2+}]$ のイオン濃度比が1を超えて2以下の範囲まで)も、同様に追加の硫酸塩化合物をマグネシウム塩水溶液に予め混合溶解させる方法を採用することも出来る。追加の硫酸塩化合物としては、硫酸ナトリウム、硫酸カリウム、硫酸アンモニウム、硫酸などが例示される。前述通り難溶性のマグネシウム塩の場合には

40 40 この追加の硫酸塩化合物として、硫酸が好適に用いられ

50 50

る。

【0024】本発明におけるマグネシウム塩水溶液の濃度は基本的には完全溶解される条件であれば何れでも良いが、一般に0.2～1.0モル/リットルの濃度が採用される。この濃度は装置、生産規模などにより適宜設定される。本発明において、析出pHは7.5～11の範囲で、所望の金属化合物が析出する条件が採用される。本発明で加水分解に用いるアルカリ成分としては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、アンモニウムが挙げられる。また一方、塩基性炭酸マグネシウムを得るには炭酸塩化合物が用いられ、その炭酸塩化合物としては、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸アンモニウムが挙げられる。何れも、これらを水溶液にして用いられる。

【0025】本発明で、採用される反応は、温水下で行うのが好ましく、球状粒子の生成し易さを考慮すると、50°C以上の範囲が好ましい。作業性から70～90°C付近の範囲が好ましい。このようにして得られた、水酸化マグネシウム、塩基性炭酸マグネシウム等からなる懸濁液から析出物を、例えばろ過や遠心分離などによって分離し、付着している遊離の水溶性塩を洗浄除去し、後工程に移る。この後工程では乾燥工程と場合によって焼成工程が含まれる。これらの工程では温度が高く、滞留時間が長くなるほど、水酸化マグネシウムは、次第に脱水されて酸化マグネシウムに変化するため、それらの変化の過程での中間体の混在したものが得られる。また塩基性炭酸マグネシウムにおいては次第に脱水・脱炭酸ガスされて炭酸マグネシウムさらには酸化マグネシウムへ変化するため、その変化過程の中間体の混在したものが得られる。

【0026】本発明における乾燥温度は、通常105°C～150°Cの範囲で採用される。主に乾燥工程は遊離水及び付着水の除去目的の為であり、乾燥時間は適宜選ばれる。この乾燥工程の条件により水酸化マグネシウム、または塩基性炭酸マグネシウムを主成分とするものが得られる。更に、本発明においては場合により、乾燥によって得られた粉体を焼成する。この方法を採用することにより、前述のように酸化マグネシウムの高含有量のものを得ることが出来る。一方、塩基性炭酸マグネシウムは、高温になると脱水および・又は分解して炭酸ガスを発生し炭酸マグネシウムから更に酸化マグネシウムへ変化する。塩基性炭酸マグネシウムで留めるためには、この焼成を行わない方が好ましい。但し、分解炭酸ガスを発生しない程度の温度・時間の条件内で焼成を行うことは問題ない。

【0027】特に、本願発明において、難燃剤として使用する場合は、水酸化マグネシウムから酸化マグネシウムへの相変化時の吸熱反応を利用するものであるため、焼成をせずに、乾燥工程のみに留めて水酸化マグネシウムとするのが好ましい。酸化マグネシウムの高含有量の

ものを得るための焼成温度としては、350°C以上が好ましい。この範囲内で焼成温度が高く、焼成時間を長くするに連れて、水酸化マグネシウム及び塩基性炭酸マグネシウム成分含有の高い状態から次第に酸化マグネシウム成分含有の高いものに変化する。

【0028】このようにして粒径が3～80μmの体質顔料を得ることが出来る。より詳細には、水酸化マグネシウムの場合は3～40μm、塩基性炭酸マグネシウムの場合は20～80μmの物が得られる。本発明により得られる体質顔料の吸油量は例えば、水酸化マグネシウムの場合150(ml/100g)以下、また塩基性炭酸マグネシウムの場合150～400(ml/100g)の物である。

【0029】本発明によって得られる体質顔料は、化粧料、プラスチック、ベンキ、塗料、粉体塗料、農業ホイル、レザーマーキング、印刷、インキおよび樹脂、紙等に組み込み難燃剤として用いることができる。

化粧料への使用

本発明に係る体質顔料の化粧品としての使用例には、メーキャップ化粧料、毛髪用化粧料、制汗剤等が挙げられる。例えば、ジェル、口紅、ファンデーション(乳化タイプ、リキッドタイプ、油性タイプ等)、コンパクトケーキ、クリーム、リップスティック、ほお紅、マスカラ、ネイルエナメル、まゆづみ、アイシャドー、アイライナー、毛髪剤、制汗パウダー、制汗スプレー等に用いることができる。配合量としては、化粧品中1～50wt%が挙げられる。例えば、ファンデーションでは1～25wt%、アイシャドウでは1～40wt%、口紅では1～20wt%、ネイルエナメルでは、0.1～10wt%等が例示される。

【0030】即ち、本発明の体質顔料を必須として含み、その他の有効成分として、皮膚保護剤、着色剤および他の体質顔料、日焼け止め剤、制汗剤、保湿剤、抗菌剤・殺菌剤、感触向上剤、油剤、及び泡安定剤から選択される一種以上とを組み合わせて得られる上記の化粧品が挙げられる。また、本発明の体質顔料は、そのまま化粧料に用いることもできるが、表面処理(例えば、シリコンオイル、シランカップリング剤、ハイドロジエンボリシロキサン、フッ素化合物等による撥水処理)等を施してもよい。

【0031】本発明において用いられる皮膚保護剤としては、皮膚の肌荒れを防止する目的で配合するもので、例えばパラフィン、エステル、高級アルコール、グリセライドなどの液体油脂類、アクリル系、スチレン系、エーテル系、エステル系、シリコーン系の高分子エマルジョン又はサスペンションが挙げられる。本発明において用いられる着色剤および他の体質顔料としては、水不溶性の顔料、油溶性染料、建染染料、レーキ染料などが挙げられ、詳しくは以下のものが例示される。即ち二酸化チタン、炭酸カルシウム、クレー、タルク、硫酸バリウム、ホワイトカーボン、酸化クロム、亜鉛華、鉄黒、黄

色酸化鉄、べんがら、紺青、群青、蛍光顔料、溶性アゾ顔料、不溶性アゾ顔料、縮合型アゾ顔料、フタロシアニン顔料、縮合多環顔料、複合酸化物系顔料、グラファイト、雲母（たとえば、白雲母、金雲母、合成雲母、弗素四珪素雲母等）、金属酸化物被覆雲母類（たとえば、酸化チタン被覆雲母、二酸化チタン被覆雲母、（水和）酸化鉄被覆雲母、酸化鉄及び酸化チタン被覆雲母、低次酸化チタン被覆雲母等）、金属酸化物被覆グラファイト（たとえば、二酸化チタン被覆グラファイト等）、薄片状アルミナ、金属酸化物被覆薄片状アルミナ類（たとえば、二酸化チタン被覆アルミナ、酸化鉄被覆薄片状アルミナ、三酸化二鉄被覆薄片状アルミナ、四酸化三鉄被覆薄片状アルミナ、干涉色性金属酸化物被覆薄片状アルミナ等）、MIO、セリサイト、炭酸マグネシウム、シリカ、ゼオライト、ヒドロキシアバタイト、酸化クロム、チタン酸コバルト、ガラスピース、ナイロンピーズ、シリコーンピーズ等が挙げられる。

【0032】有機顔料としては、赤色2、3、102、104、105、106、201、202、203、204、205、206、207、208、213、214、215、218、219、220、221、223、225、226、227、228、230の

(1)、230の(2)、231、232、405の各号、黄色4、5、201、202の1、202の2、203、204、205、401、402、403、404、405、406、407、緑色3、201、202、204、205、401、402の各号、青色1、2、201、202、203、204、205、403、404の各号、橙201、203、204、205、206、207、401、402、403の各号、褐色201号、紫色201、401の各号、黒色401号等が例示される。天然色素としては、サロールイエロー、カーサミン、β-カロチン、ハイビスカス色素、カブサンチン、カルミン酸、ラッカイ酸、グルクミン、リボフラビン、シコニン等が挙げられる。

【0033】本発明において用いられる日焼け止め剤としては、例えばベンゾフェノン化合物、ジベンゾイルメタン誘導体、シンナメート誘導体などの有機系化合物や、酸化チタン、酸化亜鉛などの無機系化合物が挙げられる。本発明において用いられる他の制汗剤としては、アルミニウムヒドロキシクロリド、タンニン酸、硫酸亜鉛が挙げられ、また本発明によって得られた物が単独で、またはこれらと併用して用いられる。

【0034】本発明において用いられる保湿剤としては、グリセリン、グリコール、ソルビトール、ポリエチレングリコールなどのポリオール類が挙げられる。本発明において用いられる抗菌剤・殺菌剤としては、エチアルコール、イソプロピルアルコール等のアルコール類、フェノール、オルトフェニルフェノールなどのフェノール類、ホルムアルデヒド、グルタルアルデヒドな

どのアルデヒド類、安息香酸(Na)、10-ウンデシレン酸亜鉛、オクタン酸(塩)などのカルボン酸類、他には各種チアゾール系、各種過酸化物系、各種4級アミン活性剤系などが挙げられる。

【0035】本発明において用いられる感触向上剤としては、他の体質顔料や合成高分子粒子や天然高分子系粒子などの粉体も使用することができる。例えば、タルク、カオリン、セリサイト、炭酸カルシウム、珪酸マグネシウム、珪酸塩などの無機化合物が挙げられ、合成高分子粒子ではナイロン粉末、ポリエチレン粉末、ポリスチレン粉末、テトロン粉末、エポキシ樹脂粉末、シリコーン樹脂などが挙げられ、天然高分子系粒子としては、キトサン粒子、澱粉粒子、セルロース粒子、シルク粉末、結晶セルロース粉末などが挙げられる。

【0036】本発明において用いられる油剤としては、揮発性・不揮発性の何れも使用され、例えば炭化水素油（例えはミネラルオイルなど）、エステル油（例えはミリスチン酸イソプロピル、カブリル酸トリグリセライドなど）、植物油、低粘度シリコーン油、揮発性シリコーン油等の液状油や、固体バラフィンやワセリン、セラミド、エチレングリコールジ脂肪酸エステル、ジアルキルエーテル等、メチルポリシロキサン、メチルフェニルシロキサン、メチルハイドロジェンポリシロキサン等のシリノール骨格を有する化合物、更に、シリコーン樹脂、シリコーンピーズ等が挙げられる。

【0037】本発明で用いられる泡安定剤としては、泡膜を安定させる活性剤であり、水溶性高分子や親水性固体が挙げられる。水溶性高分子としては、メチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ポリビニルアルコール、ポリアクリルアミドなどの非イオン性高分子、キサンタンガムやポリアクリル酸などのソーダ塩、カルボキシメチルセルロースのソーダ塩などのアニオン性高分子、ヒドロキシプロピルトリメチルアンモニウムクロライド化グアガム、ヒドロキシプロピルトリメチルアンモニウムクロライド化澱粉などのカチオン性高分子が挙げられる。本発明においては適宜香料も用いられる。また、任意に各種ソーダ、カリ石鹼、各種金属（亜鉛、カルシウム、マグネシウム）石鹼、各種ソルビタン脂肪酸エステルなどの界面活性剤なども用いられる。

【0038】樹脂への利用

本発明に係る体質顔料を必須として樹脂成分に組み込んだ難燃性組成物について、以下に説明する。本発明に係る体質顔料の難燃剤としての使用には、樹脂に組み込んだり、紙に漬き込んで用いる。この場合は、直接樹脂に、または予めペレットとして組み込んでから、それを更に樹脂に混合し、押し出し成形や、カレンダーリング、プロウイング等により各種成形体とすることが出来る。樹脂成分としてはポリオレフィン類、エポキシ類、ポリエステル類やポリアミド（ナイロン）、ポリカーボネート、ポリアクリレート類の熱可塑性樹脂および熱硬

化性樹脂の何れにも用いることが出来る。また、紙の抄紙時に、本発明によって得られた物を加えて漉くことにより、難燃性の付与した紙を得ることが出来る。

【0039】

【実施例】以下に本発明に基づく実施例を示すが、これらに限定されるものではない。

【実施例1】2リットルの脱イオン水を攪拌しながら85°Cまで昇温する。それに硫酸マグネシウム水溶液1480g(0.45mol/l, MgSO₄·7H₂O)を、32wt%の水酸化ナトリウム水溶液を同時に用いて、pHを9.0に保ちながら、加える。これらの水溶液を添加終了した後、その懸濁液をろ過し、脱イオン水で洗净し、110°Cで乾燥した。得られた粉体はSEM写真的観察の結果、リーフレット状片が結合または交叉した構造を有する略球状粒子であり、その粒子径が8~17μmで、X線回折の結果Mg(OH)₂であることが確認された。

【0040】【実施例2】2リットルの脱イオン水を攪拌しながら75°Cまで昇温する。それに硫酸マグネシウム水溶液1480g(0.45mol/l, MgSO₄·7H₂O)を、32wt%の水酸化ナトリウム水溶液を同時に用いて、pHを9.0に保ちながら、加える。これらの水溶液を添加終了した後、その懸濁液をろ過し、脱イオン水で洗净し、110°Cで乾燥した。得られた粉体はSEM写真的観察の結果、リーフレット状片が結合または交叉した構造を有する略球状粒子であり、その粒子径が7~10μmで、X線回折の結果Mg(OH)₂であることが確認された。

【0041】【実施例3】2リットルの脱イオン水を攪拌しながら85°Cまで昇温する。それに水1350gに硫酸ナトリウム28.4gと硫酸マグネシウム150g(MgSO₄·7H₂O)とからなる水溶液1510gを、32wt%の水酸化ナトリウム水溶液を同時に用いて、pHを9.0に保ちながら、加える。これらの水溶液を添加終了した後、その懸濁液をろ過し、脱イオン水で洗净し、110°Cで乾燥した。得られた粉体はSEM写真的観察の結果、リーフレット状片が結合または交叉した構造を有する略球状粒子であり、その粒子径が5~30μmで、X線回折の結果Mg(OH)₂であることが確認された。

【0042】【実施例4】2リットルの脱イオン水を攪

拌しながら80°Cまで昇温する。それに水1000gに硫酸カリウム30gと硫酸ナトリウム20g、硫酸マグネシウム130g(MgSO₄·7H₂O)からなる水溶液1180gを、10wt%の炭酸ナトリウム水溶液を同時に用いて、pHを9.0に保ちながら、加える。これらの水溶液を添加終了した後、その懸濁液をろ過し、脱イオン水で洗净し、110°Cで乾燥した。得られた粉体はSEM写真的観察の結果、リーフレット状片が結合または交叉した構造を有する略球状粒子で、その粒子径4.7~5.7μmで、X線回折の結果Mg₅(CO₃)₄(OH)₂·4H₂Oであることが確認された。

【0043】【比較例1】2000gの脱イオン水に攪拌下に硫酸マグネシウム45g溶解させた85°Cの水溶液を調製し、その後その水溶液に10wt%の炭酸ナトリウム水溶液を加えてpH9.7とする。炭酸ナトリウム水溶液の添加後、懸濁液をろ過し、脱イオン水で洗净し、110°Cで乾燥した。得られた粉体はSEM観察の結果、リーフレット状片は認められるが、球状体ではなかった。

【0044】【比較例2】2000gの脱イオン水に攪拌下に硫酸マグネシウム50g溶解させた85°Cの水溶液を調製し、その後その水溶液に32wt%水酸化ナトリウム水溶液を加えてpH11.0とする。水酸化ナトリウム水溶液の添加後、懸濁液をろ過し、脱イオン水で洗净し、110°Cで乾燥した。得られた粉体はSEM観察の結果、リーフレット状片は認められるが、球状体ではなかった。

【0045】粉体物性試験

伸展性、滑り性、付着性などの皮膚感触性を表わす指標として、カトーテック(株)製のKES-SE-DC試験機を用いて平均摩擦係数(MIU値)を、KES-G5圧縮試験機を用いて圧縮エネルギー、圧縮回復性を測定した。

【0046】1. 摩擦係数(MIU値)の測定

測定方法:スライドグラスに両面テープを貼り、その上に粉体試料を付着させ、KES-SE-DC試験機によりシリコンセンサーで20mm滑らせ平均摩擦係数を測定する。

【0047】

40 【表1】

表1 MIU測定結果（平均摩擦係数）

用いた試料	平均摩擦係数 (MIU)
実施例 1	0.35
実施例 2	0.41
実施例 3	0.31
実施例 4	0.32
ナイロンパウダー12	0.49
Biron ESQ	0.55

【0048】表1の結果から、本発明の体質顔料によるものは、ほぼ同粒径のナイロンパウダー（東レ社製、「ナイロンパウダー12」）粒子や「Biron ESQ」（オキシ塩化ビスマス、メルク社製）に比較して低MIU値を示し、伸展性が良好であった。

【0049】2. 圧縮エネルギーの測定方法、及び圧縮回復性の測定

測定方法：粉体試料0.1g秤量し、筒状ケースに移し、粉体の隙間をなくすために筒状ケースに振動を加え*20

表2 圧縮エネルギー測定結果

用いた試料	圧縮エネルギー(gf·cm/cm ²)
実施例 1	0.19
実施例 2	0.23
実施例 3	0.16
実施例 4	0.42
ナイロンパウダー12	0.59
Biron ESQ	0.38

【0051】表2の結果から、他の体質顔料と対比して、本発明で得られた粉体は、圧縮エネルギーが「Biron ESQ」とほぼ同等以下で低く、「ナイロンパウダー12」粒子よりも低く、この結果から、崩壊性の高いことがわかる。

【0052】

【表3】

表3 圧縮回復性測定結果

用いた資料	圧縮回復性（%）
実施例 1	16
実施例 2	21
実施例 3	19
実施例 4	31
ナイロンパウダー12	44
Biron ESQ	39

*で充填する。この筒状ケースをKES-G5圧縮試験機にセットし測定する。但し、一回目のデータは、まだ粉体粒子に隙間が多いためデータが振れるため除き、2回目のデータから評価のデータとして取り扱い計5回測定した。この測定データを基に数値処理により圧縮エネルギー及び圧縮回復性を導出した。以下に、測定結果を示す。

【0050】

【表2】

【0053】表3は、圧縮回復性を比較したもので、本発明によって得られた物は、公知のナイロン粒子より少し低いものであった。これらの圧縮性試験の結果から、本発明で得られた体質顔料は崩壊性を有すると共に皮膚上の伸展性を有し、従って滑り性が良く、付着性も良いことが確認された。

【0054】3. 吸油量の測定

測定方法：油分として亜麻仁油、乳酸、プロピオン酸を用いて、公知の方法（化粧品原料基準の測定法）によった。

【0055】

【表4】

表4 吸油量の測定結果

用いた油分	用いた試料	吸油量 (ml/100g)
亜麻仁油	実施例1	50
	実施例2	110
	実施例3	95
	実施例4	310
	ナイロン12	65
	Biron ESQ	45
乳酸	実施例1	120
	実施例2	100
	実施例3	105
	実施例4	375
	ナイロン12	75
	Biron ESQ	30
プロピオン酸	実施例1	60
	実施例2	75
	実施例3	80
	実施例4	345
	ナイロン12	80
	Biron ESQ	40

【0056】また、本発明における水酸化マグネシウム、炭酸マグネシウムからなる体质顔料は汗や皮脂の分泌物に近い乳酸についても、市販されている体质顔料（「ナイロン12」、「Biron ESQ」）と同等以上の良好な吸油量を有していた。また、塩基性炭酸マグネシウム成分の多いものは、特に吸油量が大きく、制汗剤としての使用の好ましいことが裏付けされた。また、これらの結果、及びSEM観察から、硫酸マグネシウムに硫酸ナトリウムを添加したマグネシウム水溶液を用いた系では、硫酸ナトリウムを添加しない系と比較し

*で、孔隙率の高いことが確認された。

【0057】化粧料を以下の処方で製造した。

製造処方例1：

コンパクトパウダーへの使用例：

30	タルク	50重量部
	実施例3の顔料	10重量部
	着色顔料	5重量部
	ミリスチン酸イソプロピル	適量
	ステアリン酸マグネシウム	2重量部

【0058】

ファンデーションへの処方例：

タルク	3.8重量部
実施例3の顔料	1.0重量部
雲母 (8 μm)	1.0重量部
ステアリン酸マグネシウム	3重量部
ナイロンパウダー	1.2重量部
黄色酸化鉄	1.9重量部
赤色酸化鉄	0.8重量部
酸化チタン	1.0重量部
ミネラルオイル	適量
(カブリル酸、カブリン酸) トリグリセリド	3.3重量部
ブチルパラベン	0.1重量部

【0059】

【本発明の効果】本発明によって得られた、体质顔料は適度な崩壊性を有し皮膚上の滑り性が良く、またその

付着性が良好で、かつ吸油量も高く、化粧品への使用に好ましいものである。また、水酸化マグネシウムを主成分とする場合において、リーフレット状片が結合または

交叉した略球状の塊状構造を有することから、難燃剤と＊＊としての使用に適している。

フロントページの続き

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	マーク(参考)
C 0 1 F	5/24	C 0 1 F	5/24
C 0 8 K	3/00	C 0 8 K	3/00
C 0 8 L	101/00	C 0 8 L	101/00
C 0 9 C	1/02	C 0 9 C	1/02
C 0 9 D	7/12	C 0 9 D	7/12
	11/02		11/02
	11/16		11/16
	201/00		201/00
C 0 9 K	21/02	C 0 9 K	21/02

F ターム(参考) 4C083 AB031 AB032 AB232 AB242
 AB321 AB432 AB501 AC012
 AC242 AC352 AC422 AC482
 AD072 BB11 BB46 BB48
 BB51 CC11 CC12 DD17 EE06
 EE07
 4G076 AA02 AA10 AB06 AB08 AB09
 BA13 BA38 BA43 BE11 CA04
 CA25 CA40 DA02 DA15 DA16
 4H028 AA10 AB04 BA06
 4J002 BB001 BG001 CD001 CF001
 CG001 CL001 CL011 DE076
 DE266 FA086 FD096
 4J037 AA09 CA08 CA10 CA15 CA19
 DD05 DD10 DD15 DD17 EE26
 EE28 EE33 EE35 EE43 EE48
 FF13
 4J038 EA011 HA196 HA286 KA08
 KA20
 4J039 BA13 BA14 BA16 BA30 BE01